

Identification des acides déhydroacétique, sorbique, benzoïque, ortho-chlorobenzoïque, para-chlorobenzoïque, salicylique; des esters méthylique, éthylique, propylique et butylique de l'acide para-hydroxybenzoïque par chromatographie en phase gazeuse

Autor(en): Vogel, J. / Deshusses, J.

Objektyp: Article

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **56 (1965)**

Heft 1

PDF erstellt am: **12.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982185>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Identification des acides déhydroacétique, sorbique, benzoïque, ortho-chlorobenzoïque, para-chlorobenzoïque, salicylique; des esters méthylique, éthylique, propylique et butylique de l'acide para-hydroxybenzoïque par chromatographie en phase gazeuse

Par *J. Vogel* et *J. Desbusses*
Laboratoire cantonal de chimie-Genève

A) Acides déhydroacétique, sorbique, benzoïque, chlorobenzoïques et salicylique

Pour identifier ces acides, utilisés comme agents conservateurs, on dispose de réactions chimiques (réaction de *Mohler*, de *Diemair*, etc.) et de la chromatographie sur papier. Les réactions chimiques sont rarement spécifiques aussi se sert-on de préférence aujourd'hui de la chromatographie sur papier, mais avec cette technique la séparation de l'acide benzoïque de l'acide sorbique reste cependant difficile car les indices de rétention de ces acides sont très voisins.

Toutes les difficultés d'une identification précise peuvent être surmontées en utilisant la chromatographie en phase gazeuse. Cette technique qui permet de séparer très nettement tous ces acides est simple et rapide.

Appareil

Aerograph, modèle 600 C avec détecteur à ionisation de flamme.

Colonne	15 % DEGS et 3 % d'acide phosphorique sur chromosorb W regular 100/120 mesh. (Aerograph A. G., Bâle).
Dimensions de la colonne	ϕ $\frac{1}{8}$ inch, longueur 5 ft.
Température	195 °
Gaz porteur	Azote
Débit du gaz	25 ml/minute
Volume du liquide injecté	1 μ l

Solution des acides de référence

Solutions dans l'éther ou l'acétone: 10 mg par ml.

Chromatogramme

Dans les conditions fixées, les temps de rétention sont les suivants:

Acides	Temps de rétention en minutes
Sorbique	5,4
Déhydroacétique	10,0
Benzoïque	12,3
Para-Chlorobenzoïque	25,7
Salicylique	31,3
Ortho-Chlorobenzoïque	40,8

Les pics obtenus présentent une très bonne symétrie et sont tous entièrement séparés les uns des autres.

Remarque

A la température choisie, le groupe hydroxyle en ortho de l'acide salicylique subit une transposition en para. Le pic de l'acide para-hydroxybenzoïque apparaît avant celui de l'acide sorbique (3,7 minutes). Quantitativement, cette transposition est faible.

B) Esters de l'acide para-hydroxybenzoïque

Les réactions chimiques proposées pour identifier ces esters (réaction de Millon, de *Fellenberg* et *Krauze*, etc.) ne sont plus guère utilisées de nos jours car elles ne permettent pas d'identifier ces esters, l'acide para-hydroxybenzoïque étant la substance chromogène de toutes ces réactions.

On utilise actuellement la chromatographie sur papier ou sur couche mince qui conduit à une séparation assez nette de ces esters. Cependant, la chromatographie en phase gazeuse surclasse toutes les autres méthodes tant par sa précision que par sa rapidité d'exécution. Nous conseillons son adoption dans la pratique du Laboratoire.

Appareil

Aerograph modèle 600 C avec détecteur à ionisation de flamme.	
Colonne	15 % FFAP sur chromosorb W, 60/80 mesh (Aerograph A. G., Bâle)
Dimensions de la colonne	ϕ $\frac{1}{8}$ inch, longueur 5 ft.
Température	255 °
Gaz porteur	Azote
Débit du gaz	25 ml/minute
Volume du liquide injecté	1 μ l

Solutions des esters de référence

Solutions acétonique des esters, 10 mg/ml.

Chromatogramme

Dans les conditions fixées, les temps de rétention sont les suivants:

Esters	Temps en minutes
Méthylrique	17,7
Ethylrique	18,8
Propylrique	23,5
Butylrique	30,4

Les pics des esters méthylrique et éthylrique se recouvrent partiellement, mais ont leurs sommets distincts.

Mode opératoire pour identifier les agents conservateurs extraits d'une denrée alimentaire

Extraire les agents conservateurs selon les procédés classiques, soit au moyen d'éther, soit au moyen de chloroforme.

Réduire le volume d'éther à 50 ml par distillation. Au cas où l'on aurait utilisé le chloroforme, évaporer ce solvant par distillation puis dissoudre le résidu dans 50 ml d'éther.

Introduire la solution étherée dans une ampoule à décanter, puis 10—15 ml d'une solution aqueuse saturée de bicarbonate de sodium. Agiter l'appareil. Après repos, séparer les 2 phases. La solution de bicarbonate fixe les agents conservateurs acides, les esters de l'acide parahydroxybenzoïque restent dissous dans l'éther. Sécher l'éther avec du sulfate de sodium anhydre, distiller l'éther. Au cas où les cristaux des esters seraient fortement souillés par des impuretés, procéder à une purification par sublimation des esters dans le vide à 110°—120°. Dissoudre les esters dans un volume d'acétone choisi de telle façon que la concentration des esters dans le solvant soit approximativement de 10 mg par ml. Injecter 1 microlitre de la solution dans l'appareil. Additionner la solution de bicarbonate de sodium d'acide chlorhydrique jusqu'à réaction acide. Extraire les agents conservateurs de la solution au moyen d'éther, sécher l'éther au moyen de sulfate de sodium anhydre, distiller l'éther. Au cas où les acides organiques seraient fortement souillés par des impuretés, procéder à une purification par sublimation dans le vide à 80°—100°. Dissoudre les acides organiques dans un volume d'éther ou d'acétone choisi de telle façon que leur concentration dans le solvant soit environ de 10 mg/ml. Injecter 1 microlitre dans l'appareil. On obtient finalement 2 chromatogrammes, l'un pour les acides, l'autre pour les esters. Comparer la position des pics avec celle des pics des chromatogrammes de référence.

Vérifier cette première identification en ajoutant dans la solution des agents conservateurs isolés des denrées, une quantité déterminée de l'agent conservateur identifié. L'accroissement de la surface du pic vérifie l'identité de l'agent conservateur.

Résumé

Nous proposons d'identifier les agents conservateurs pour denrées alimentaires (acides déhydroacétique, sorbique, benzoïque, etc, les esters de l'acide para-hydroxybenzoïque) par chromatographie en phase gazeuse. L'appareil utilisé et le mode opératoire sont précisés dans le mémoire.

Zusammenfassung

Wir schlagen vor, die Konservierungsmittel für Lebensmittel (Dehydracetsäure, Sorbinsäure, Benzoesäure usw., die Ester der Parahydroxybenzoesäure) gaschromatisch zu identifizieren. Der verwendete Apparat und die Arbeitsweise werden beschrieben.

Summary

It is proposed to identify preservatives (dehydracetic acid, sorbic acid, benzoic acid, etc.; esters of p-hydroxybenzoic acid) by means of gas chromatography. The apparatus used and the procedure recommended are described in this paper.